

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-324883

(43)公開日 平成10年(1998)12月8日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 1 0 M 105/38

C 1 0 M 105/38

// C 1 0 N 20: 00

20: 02

30: 00

30: 02

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-136791

(22)出願日 平成9年(1997)5月27日

(71)出願人 000183646

出光興産株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(72)発明者 江川 達哉

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地

(72)発明者 坪内 俊之

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地

(72)発明者 太斎 正志

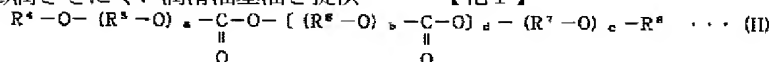
千葉縣市原市姉崎海岸24番地4

(74)代理人 弁理士 大谷 保

(54)【発明の名称】 潤滑油基油

(57)【要約】

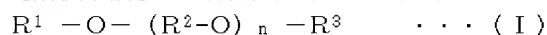
【課題】 粘度指数向上剤を使用せずに、又は少量の添加で高粘度指数油を提供でき、しかもスラッジの生成が少なく、有機材を膨潤させにくい潤滑油基油を提供



(R^1 , R^3 , R^4 , R^8 は $C_1 \sim C_{80}$ のアルキル基, アルキルアリアル基, アルキルカルボニル基又はアルキルアリアルカルボニル基、 R^2 , R^5 , R^6 , R^7 は $C_2 \sim C_{18}$ のアルキレン基、 n は平均値で0~15、 a , b , c は平均値で0~5であり、それらの合計が0~1

すること。

【解決手段】 一般式 (I) 又は (II)

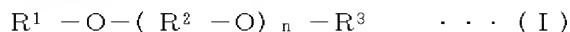


【化1】

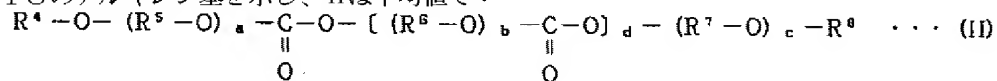
0、 d は平均値で0~3、 R^1 と R^3 の合計炭素数及び R^4 と R^8 の合計炭素数は16以上)で表される炭素／酸素原子比が10以上の化合物を含有し、粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下である潤滑油基油。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(I)



(式中、 R^1 及び R^3 は、それぞれ独立に炭素数1～80のアルキル基、炭素数7～80のアルキルアリアル基、炭素数2～80のアルキルカルボニル基又は炭素数8～80のアルキルアリアルカルボニル基を示し、 R^2 は炭素数2～18のアルキレン基を示し、 n は平均値で*



(式中、 R^4 及び R^8 は、それぞれ独立に炭素数1～80のアルキル基、炭素数7～80のアルキルアリアル基、炭素数2～80のアルキルカルボニル基又は炭素数8～80のアルキルアリアルカルボニル基を示し、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、それぞれ独立に炭素数2～18のアルキレン基を示し、 a 、 b 及び c は、それぞれ平均値で0～5の数を示すが、それらの合計が0～10であり、 d は平均値で0～3の数を示す。また、 R^4 と R^8 の合計炭素数は16以上であり、また R^5O 、 R^6O 及び R^7O は、それぞれにおいて、構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。)で表される炭素/酸素原子比が10以上の化合物を含有し、粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下であることを特徴とする潤滑油基油。

【請求項3】 粘度指数が160以上、アニリン点が60℃以上であり、かつ温度100℃における動粘度が1.0～5.0mm²/秒である請求項1又は2記載の潤滑油基油。

【請求項4】 一般式(I)における R^1 及び R^3 が、それぞれ炭素数12～50の基である請求項1記載の潤滑油基油。

【請求項5】 一般式(II)における R^4 及び R^8 が、それぞれ炭素数12～50の基である請求項2記載の潤滑油基油。

【請求項6】 一般式(I)で表される化合物が、炭素/酸素原子比1.4以上のものである請求項1記載の潤滑油基油。

【請求項7】 一般式(II)で表される化合物が、炭素/酸素原子比1.4以上のものである請求項2記載の潤滑油基油。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、潤滑油基油に関し、さらに詳しくは、高温から低温までの広い範囲で良好な潤滑油膜を保持し、高剪断下及び長期間にわたって安定な粘度特性を示すとともに、スラッジの生成が少なく、有機材料との適合性に優れた潤滑油基油に関するものである。

【0002】

*0～15の数を示す。 R^2O は構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。)で表される炭素/酸素原子比が10以上の化合物を含有し、粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下であることを特徴とする潤滑油基油。

【請求項2】 一般式(II)

【化1】

※【従来の技術】ガソリンエンジン用クランクケース油としては、低温(エンジン始動時など)では粘度が低く、高温(運転時)には十分な油膜を保持するために、またマルチグレードへの対応として、高粘度指数の潤滑油が要求されている。このような高粘度指数の潤滑油の要求に対して、現状では粘度指数向上剤を添加することで対処している。しかしながら、粘度指数向上剤を添加した潤滑油においては、高剪断下では一時的粘度低下を起こしやすく、また粘度指数向上剤が使用するに伴い分断されて永久粘度低下が生じたり、粘度指数向上効果が喪失したりする上、熱劣化や酸化劣化により、スラッジ化するなどの問題がある。したがって、このような問題を解決するためには、粘度指数向上剤を使用しないか、あるいは使用しても添加量が少なくてすむ高粘度指数の潤滑油基油が必要となる。

【0003】一方、油圧装置においては、粘度指数が悪い油では、配管中の低温度部分で粘度増加による効率低下が起こり、また粘度指数向上剤を含む油は応答速度が遅いなどの問題がある。これまで知られている潤滑油基油としては、例えば(1)鉱油、(2)ポリ α -オレフィン、(3)エチレン-プロピレン共重合体、(4)ポリアルキレングリコール、(5)エステル、(6)ポリシロキサンなどを挙げることができるが、それぞれ以下のような問題がある。

【0004】すなわち、(1)鉱油は粘度指数が最高でも140程度、(2)ポリ α -オレフィンも流動点-50℃以下で粘度指数130～140程度、流動点-30℃以下では最高でも150程度、(3)エチレン-プロピレン共重合体は100℃粘度10～20mm²/秒で流動点-40～-50℃のもので粘度指数は150程度であり、また粘度指数向上剤等の添加剤との相溶性が悪いといった問題点がある。また、(4)ポリアルキレングリコールは粘度指数は200～300程度あるが、有機材を膨潤させるという問題があり、(5)エステルも粘度指数は最高で200程度あるが、やはり有機材を膨潤させるという問題点がある。一方、(6)ポリシロキサンについては、例えばシリコン油等は粘度指数が300～400と高いが、潤滑性が悪く、しかも高価であるなどの問題を有している。

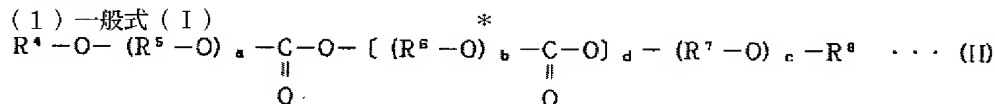
【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような状況下で、粘度指数向上剤を使用せずに、又は少量の添加で高粘度指数油を提供でき、高温から低温まで広い範囲で良好な潤滑油膜を保持し、高剪断下において、あるいは長期間にわたり安定な粘度特性を示すとともに、スラッジの生成が少なく、しかも有機材を膨潤させにくい潤滑油基油を提供することを目的とするものである。

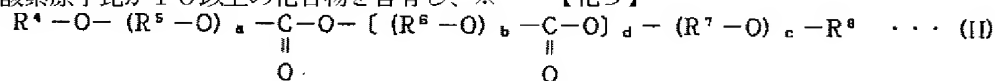
【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の好ましい性質を有する潤滑油基油を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、炭素／酸素原子比が10以上の特定の化合物を含有するものがその目的に適合しうることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。すなわち、本発明は、

【0007】(1)一般式(I)

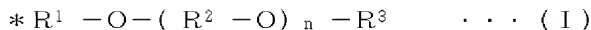


【0009】(式中、 R^4 及び R^8 は、それぞれ独立に炭素数1～80のアルキル基、炭素数7～80のアルキルアリール基、炭素数2～80のアルキルカルボニル基又は炭素数8～80のアルキルアリールカルボニル基を示し、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、それぞれ独立に炭素数2～18のアルキレン基を示し、 a 、 b 及び c は、それぞれ平均値で0～5の数を示すが、それらの合計が0～10であり、 d は平均値で0～3の数を示す。また、好ましくは R^4 と R^8 の合計炭素数は16以上であり、また R^5 O、 R^6 O 及び R^7 O は、それぞれにおいて、構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。) で表される炭素／酸素原子比が10以上の化合物を含有し、※



【0012】で表される炭素／酸素原子比が10以上の化合物(化合物II)が用いられる。上記一般式(I)及び(II)で表される化合物において、炭素／酸素原子比が10未満では有機材を膨潤しやすくなるので、有機材の膨潤を抑制するために、例えばポリ α -オレフィン、エチレン-プロピレン共重合体、アルキルベンゼンなどの炭化水素系油を本発明の基油に多量に混合しなければならず、その結果、高い粘度指数を有する潤滑油基油が得られにくくなる。ちなみに、ポリ α -オレフィンの粘度指数は130～140、アルキルベンゼンの粘度指数は100以下である。したがって、炭素／酸素原子比は14以上が好ましく、特に16以上が好ましい。

【0013】前記一般式(I)における R^1 及び R^3 、一般式(II)における R^4 及び R^8 は、それぞれ炭素数1～80のアルキル基、炭素数7～80のアルキルアリール基、炭素数2～80のアルキルカルボニル基又は炭



(式中、 R^1 及び R^3 は、それぞれ独立に炭素数1～80のアルキル基、炭素数7～80のアルキルアリール基、炭素数2～80のアルキルカルボニル基又は炭素数8～80のアルキルアリールカルボニル基を示し、 R^2 は炭素数2～18のアルキレン基を示し、 n は平均値で0～15の数を示す。 R^1 と R^3 の合計炭素数は16以上が好ましく、また、 R^2 O は構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。) で表される炭素／酸素原子比が10以上の化合物を含有し、粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下であることを特徴とする潤滑油基油(以下、潤滑油基油I又は基油Iと称す。)、及び(2)一般式(II)

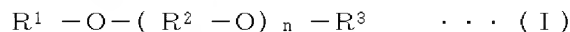
【0008】

【化2】

20※粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下であることを特徴とする潤滑油基油(以下、潤滑油基油II又は基油IIと称す。)を提供するものである。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の潤滑油基油Iにおいては、一般式(I)



で表される炭素／酸素原子比が10以上の化合物(化合物I)が用いられる。一方、潤滑油基油IIにおいては、一般式(II)

【0011】

【化3】

★炭素数8～80のアルキルアリールカルボニル基を示す。

R^1 、 R^3 、 R^4 、 R^8 が炭素数0、すなわち水素原子の場合は潤滑性及び粘度指数が低下する。また、炭素数が大きいほど炭素／酸素原子比が大きくなって、有機材を膨潤させにくくなるので好ましいが、炭素数が80を超えると原料の入手が困難であり、また流動点が高くなる。潤滑性、粘度指数、炭素／酸素原子比、原料の入手の容易さ、流動点などのバランスの面から、 R^1 、 R^3 、 R^4 、 R^8 の好ましい炭素数は12～60の範囲であり、特に18～50の範囲が好ましい。

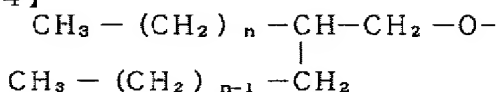
【0014】この R^1 、 R^3 、 R^4 、 R^8 におけるアルキル基及び他の基のアルキル部分は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよい。また、アルキルアリール基としては、アルキルフェニル基やアルキルナフチル基などが挙げられるが、これらの中でアルキルフェニル基が好ましい。アルキルアリールカルボニル基としては、

アルキルフェニルカルボニル基やアルキルナフチルカルボニル基などが挙げられるが、これらの中でアルキルフェニルカルボニル基が好ましい。さらに、炭素／酸素原子比を10以上、好ましくは14以上、より好ましくは16以上とするには、 R^1 と R^3 の合計炭素数及び R^4 と R^8 の合計炭素数は、16以上、好ましくは28以上、より好ましくは38以上である。 R^1 、 R^3 、 R^4 、 R^8 の好ましいものは、アルキル基及びアルキルカルボニル基である。一般式 (I) において、 R^1 と R^3 は、たがいに同一であってもよく、異なってもよい。また、一般式 (II) において、 R^4 と R^8 は、たがいに同一であってもよく、異なってもよい。

【0015】 R^1 -O-, R^3 -O-, R^4 -O-, R^8 -O-の例としては、炭素数8のものとして2-エチルヘキサノール残基などの各種オクタノール残基、2-エチルヘキサン酸残基などの各種オクタン酸残基など、炭素数9のものとして各種ノナノール残基、各種ノナン酸残基など、炭素数10のものとして各種デカノール残基、各種デカン酸残基など、炭素数12のものとして各種ドデカノール残基、各種トデカン酸残基など、炭素数14のものとして各種テトラデカノール残基、各種テトラデカン酸残基など、炭素数16のものとして各種ヘキサデカノール残基、各種ヘキサデカン酸残基など、炭素数18のものとしてイソステアリアルアルコール残基などの各種オクデカノール残基、イソステアリン酸残基などの各種オクタデカン酸残基などが挙げられる。さらに、ゲルペ反応により得られる下記一般式

【0016】

【化4】

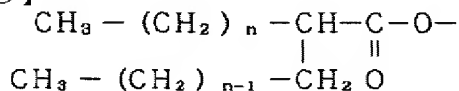


(n: 6~12)

【0017】で表される炭素数16~26の各種アルコール残基、及びこれらから誘導される下記一般式

【0018】

【化5】



(n: 6~12)

【0019】で表される各種カルボン酸残基、 α -オレフィン及びその重合体から誘導される一級又は二級アルコール残基、これらから誘導されるカルボン酸残基、下記一般式

(R)_n - Ph - OH

(式中、Rは炭素数6~24のアルキル基、Phはフェニレン基、mは1~3の整数を示す。)で表されるモノアルキルフェノール、ジアルキルフェノール又はトリアルキルフェノールの残基などを挙げることができる。前記一般式 (I) における R^2 、一般式 (II) における R^5 、 R^6 及び R^7 は、それぞれ炭素数2~18のアルキレン基を示す。炭素数19以上のアルキレン基を有するものは工業的に入手が困難である。このアルキレン基は直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよく、具体例としてはエチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ヘキシレン基、ノニレン基、デシレン基、ドデシレン基、シクロペンチレン基、シクロヘキシレン基などが挙げられる。

【0020】さらに、一般式 (I) においては、nは平均値で0~15の数を示す。また、 R^2 Oは構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。一方、一般式 (II) においては、a、b及びcは、それぞれ平均値で0~5の数を示すが、それらの合計は0~10であり、また、dは平均値で0~3の数を示す。 R^5 、 R^6 及び R^7 は、たがいに同一であってもよく、異なってもよい。また、 R^5 O、 R^6 O及び R^7 Oは、それぞれにおいて、構成単位毎に同一であっても、異なってもよい。また、 $[(R^6 - O)_b - C(=O)_c]$ 基が複数導入されている場合、それらはたがいに同一であってもよく、異なってもよい。本発明の潤滑油基油 I 及び II は、粘度指数が150以上で、かつ流動点が-10℃以下のものである。粘度指数が150未満では、高温から低温の広範囲にわたり、良好な潤滑油膜が保持できない上、高剪断下において、あるいは長期間にわたって安定な粘度特性が得られず、本発明の目的が達せられない。性能の点から、この粘度指数は160以上が好ましく、特に165以上、さらには170以上が好ましい。また、流動点が-10℃より高いと、内燃機関用に供した場合、寒冷地などで始動不良を起こすおそれがある。好ましい流動点は、-20℃以下、さらに好ましくは-30℃以下である。なお、この粘度指数は、JIS K 2283-1983に準拠して測定した値であり、流動点は、JIS K 2269-1987に準拠して測定した値である。

【0021】また、本発明の基油 I、II においては、温度100℃の動粘度が1.0~50 mm²/秒の範囲にあるのが好ましい。この動粘度が1.0 mm²/秒未満では油膜切れで潤滑不足が生じるおそれがあり、50 mm²/秒を超えると摩擦抵抗が増加する傾向がみられる。良好な潤滑性能及び耐摩擦性が得られる点から、好ましい動粘度は2.0~30 mm²/秒の範囲であり、特に2.0~20 mm²/秒の範囲が好適である。なお、この動粘度は、JIS K 2283-1983に準拠して測定した値である。さらに、アニリン点は60℃以上が好ましい。このアニリン点が60℃未満では、これまでの潤滑

油基油対応の装置に使用されている有機材(ゴム)を膨潤させるおそれがある。また、アニリン点が高すぎると有機材を収縮させて、シール漏れを起こす場合がある。したがって、好ましいアニリン点は60~140℃の範囲であり、さらに好ましくは70~140℃、特に好ましくは80~130℃の範囲である。なお、このアニリン点は、JIS K2256-1985に準拠して測定した値である。

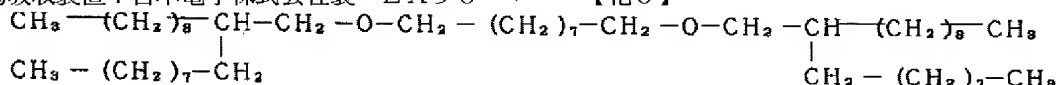
【0022】本発明の潤滑油基油Iには、前記化合物Iを一種含有していてもよく、二種以上含有していてもよい。また、本発明の潤滑油基油IIには、前記化合物IIを一種含有していてもよく、二種以上含有していてもよい。さらに、これらの潤滑油基油には、化合物I及びIIの両方を含有していてもよく、また、本発明の目的が損なわれない範囲で他の基油を適宜含有していてもよい。この他の基油としては、例えば鉱油、ポリ α -オレフィン、エチレン-プロピレン共重合体、エステル(モノエステル、ジエステル、ポリオールエステルなど)、ポリエーテル(ポリアルキレングリコールなど)、アルキルベンゼンなどが挙げられる。本発明の潤滑油基油に対し、通常使用されている潤滑油用添加剤、例えば酸化防止剤、防錆剤、消泡剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、耐摩耗剤、抗乳化剤、金属清浄剤、清浄分散剤、極圧剤などを適宜配合することにより、各種用途に好適な潤滑油組成物が得られる。この潤滑油組成物の用途としては、例えば内燃機関用を始め、油圧作動油、自動変速機油、手動変速機油、緩衝器油、歯車油、軸受油、摺動面油、冷凍機油などとしての用途が挙げられる。

【0023】

【実施例】次に、本発明を製造例及び実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。なお、以下に説明する製造例に示す化合物の構造決定はガスクロマトグラフ(以下GCと略す)分析装置、核磁気共鳴吸収(以下NMRと略す)分析装置、赤外吸収分光(以下IRと略す)分析装置を用いて行った。使用した装置は以下のとおりである。

GC分析装置：株式会社日立製作所製 263-70型
(カラム：ジーエルサイエンス株式会社製 OV1パックカラム；2m)

核磁気共鳴吸収装置：日本電子株式会社製 EX90 *



【0028】製造例2

製造例1において、1, 9-ノナンジオールの代わりにジエチレングリコールを用いた以外は、製造例1と同様にして実施し、淡黄色油状物を得た。このものは、GC※

*(90MHz), GSX400(400MHz)

赤外吸収分析装置：日本分光株式会社製 FT/IR-7000

【0024】製造例1

5リットルセパラブルフラスコにp-トルエンスルホンクロリド400g(2.1モル)、ピリジン1500ミリリットルを入れ氷水浴中で5分間攪拌した。次いで、1, 9-ノナンジオール160g(1.0モル)を入れ1時間攪拌した。途中、反応熱による温度上昇が認められた。反応混合物を3リットルの氷水に注ぎこんだ。しばらく攪拌し、析出した白色の結晶をろ別回収し、減圧で乾燥した。得られた白色固体をエタノール500gとともに加熱し溶解させ、次いで一晩放置した。析出した白色固体をろ別し、次いで、減圧下エタノール等を留去して白色結晶物250gを得た。NMR分析、IR分析より、このものは1, 9-ノナンジオールジトシレートであることが確認された。

【0025】5リットルセパラブルフラスコに冷却管、攪拌器、滴下ロートを取り付けた。テトラヒドロフラン1000ミリリットル、水素化ナトリウム24.0g(1.0モル)を入れた。滴下ロートより2-ノニル-1-ウンデカノール(ヘンケル社製：商品名ゲルビトール)250g(0.85モル)を1時間かけて滴下した。滴下中水素の発生および発熱が認められた。次いでジメチルスルホキシド500gを加え、1時間攪拌した。1, 9-ノナンジオールジトシレート187g(0.40モル)を1時間かけて5回に分けて加えた。途中発熱が認められた。そのまま2時間攪拌した。反応液を洗浄槽に移し、ヘキサン2リットルを加え蒸留水1リットルで3回洗浄した。

【0026】ロータリーエバポレーターで溶媒等を除去した後、2つ口ナシ型フラスコに移しさらに真空ポンプ減圧下、加熱し、ガラスキャピラリーより少量の窒素を流しつつ、軽質分を留去した。次いで、カラムクロマト用のシリカゲル、アルミナで精製した後に、ロータリーエバポレーターで減圧下、溶媒等を留去し、淡黄色油状物180gを得た。このものは、GC分析、NMR分析、IR分析により、以下の構造であることが確認された。

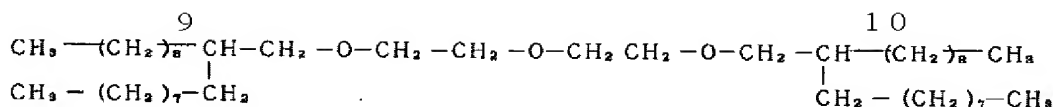
【0027】

【化6】

※分析、NMR分析、IR分析により以下の構造であることが確認された。

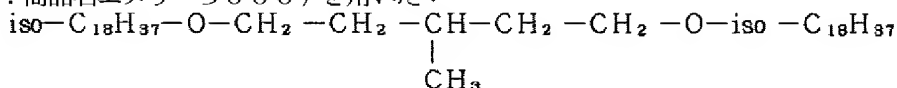
【0029】

【化7】



【0030】製造例3

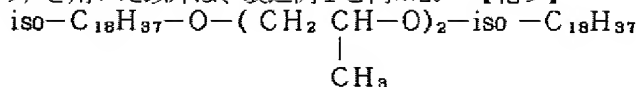
製造例1において、1，9-ノナンジオールの代わりに3-メチル-1，5-ペンタンジオールを用い、かつ2-ノニル-1-ウンデカノールの代わりにイソステアリアルアルコール（2～4位にメチル分岐を1つ有する構造，ヘンケル社製：商品名エメリー3060）を用いた*



[iso-C₁₈H₃₇：イソステアリアル基（2～4位にメチル分岐を1つ有する）]

【0032】製造例4

製造例1において、1，9-ノナンジオールの代わりにジプロピレングリコールを用い、かつ2-ノニル-1-ウンデカノールの代わりにイソステアリアルアルコール（製造例3と同じもの）を用いた以外は、製造例1と同様※20



[iso-C₁₈H₃₇：イソステアリアル基（2～4位にメチル分岐を1つ有する）]

【0034】製造例5

ディーンシュタウク管を付けた2リットル3つ口フラスコにイソステアリアルアルコール（製造例3に同じ）540g（2.0モル），エピクロロヒドリン278g（3.0モル），水酸化ナトリウム40g，ヘキサン300gを入れ、反応液を100℃としヘキサンを還流させつつ、反応により生成した水を除きながら10時間反応させた。反応混合物をろ別した後、洗浄槽に移し、ヘキサンをさらに300ミリリットル加え、蒸留水300ミリリットルで3回洗浄した。この後、ロータリーエバポレーターで未反応のエピクロロヒドリン，ヘキサン等を除去し液状物570gを得た。主成分は、イソステアリアルアルコール，イソステアリルグリシジルエーテルであった。

【0035】2リットル3つ口フラスコに冷却管，滴下ロートを取り付け、フラスコ内に水素化リチウムアルミニウム38g（1モル），テトラヒドロフラン500ミリリットルを入れた。滴下ロートに前記のイソステアリアルアルコール，イソステアリルグリシジルエーテル混合物を入れ、合計570gを2時間かけて滴下した。滴下終了後1時間攪拌し、次いで酢酸エチル300gを入れ2時間攪拌し、さらにテトラヒドロフラン200ミリリットルに水80gを溶解させた溶液を徐々に加えた。水酸化アルミニウムを主成分とする白色固体が生成したの

* 以外は、製造例1と同様にして実施し、淡黄色油状物を得た。このものは、GC分析，NMR分析，IR分析により、以下の構造であることが確認された。

【0031】

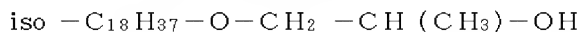
【化8】

※様に実施して、淡黄色油状物を得た。このものは、GC分析，NMR分析，IR分析により、以下の構造であることが確認された。

【0033】

【化9】

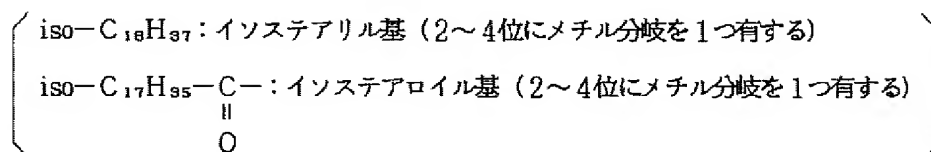
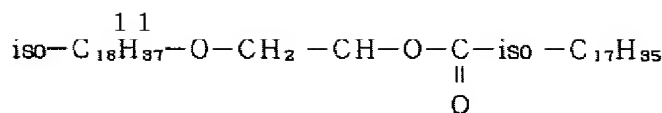
★で、ろ別し、さらに、この固体をテトラヒドロフラン200ミリリットルで3回洗浄した。ろ別した溶液、洗浄した溶液を集め、まず、テトラヒドロフラン等を留去した後、減圧下、蒸留を行い、イソステアリアルアルコールより高沸点留分として無色透明の液体210gを得た。このものは、GC分析，NMR分析，IR分析により、下記構造の2-イソステアリアルオキシ-1-メチル-エタノールであることが確認された。



【0036】ディーンシュタウク管を付けた1リットル3つ口フラスコに2-イソステアリアルオキシ-1-メチル-エタノール156g（0.5モル），イソステアリン酸（2～4位にメチル分岐を1つ含有する構造；ユネケマ社製）156g（0.55モル），触媒としてチタンエトキシレート1.0g，トルエン100gを入れた。反応液を140～160℃とし、トルエンを還流させながら生成してくる水を除き10時間反応させた。触媒，未反応原料をカラムクロマト用のアルミナ，シリカゲルで除去し、油状分240gを得た。このものは、GC分析，NMR分析，IR分析により、以下の構造であることが確認された。

【0037】

【化10】



【0038】製造例6

5リットルセパラブルフラスコにp-トルエンスルホンクロリド209g (1.1モル)、ピリジン1000gを入れ氷水浴中で5分間攪拌した。次いで、2-ノニル-1-ドデカノール298g (1.0モル)を入れ1時間攪拌した。途中、反応熱による温度上昇が認められた。反応混合物をトルエン2リットル、氷水3リットルの2層溶液に注ぎこんだ。5分間攪拌後水層を除去した。さらに水1リットルで3回洗浄後トルエン層をフラスコに移し、ロータリーエバポレーターで減圧下、トルエン等を除去した。淡黄色油状物415gを得た。このものは2-ノニル-1-ドデカノール (未反応原料) と2-ノニル-1-ウンデカノールトシレートであった。

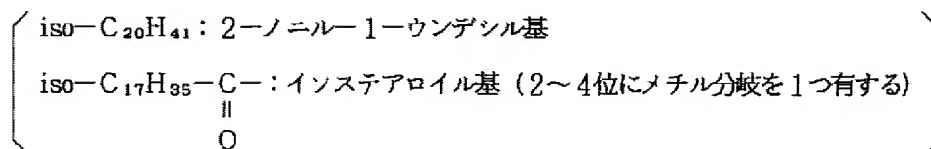
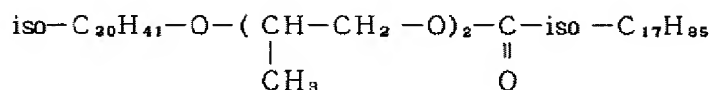
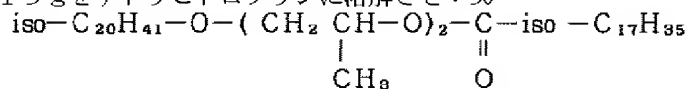
【0039】5リットルセパラブルフラスコに、冷却管、滴下ロートを取り付け、フラスコ内に水酸化ナトリウム24.0g (1.0モル)、テトラヒドロフラン100ミリリットルを入れ、滴下ロートよりジプロピレングリコール354g (3.0モル)を1時間かけて滴下した。1時間攪拌後、滴下ロートより前記の2-ノニル-1-ドデカノールと2-ノニル-1-ウンデカノールトシレートの混合物415gをテトラヒドロフランに溶解させ*

30 10*た溶液を徐々に滴下した。滴下終了後、加熱し反応液を60~70℃に保ち2時間反応させた。反応混合物をろ別した後、洗浄槽に移し、ヘキサン1000ミリリットルを加え、蒸留水1000ミリリットルで3回洗浄した。この後、ロータリーエバポレーターでヘキサン、テトラヒドロフラン等を留去した後、減圧下、蒸留し淡黄色の液体185gを得た。

【0040】この淡黄色の液体164g (0.4モル)をディーンシュタウク管を取り付けた1リットル3つ口フラスコに入れ、イソステアリン酸 (製造例5と同様) 125g (0.44モル)、触媒としてチタンエトキシレート1.0g、トルエン100gを入れた。反応液内部を140~160℃とし、トルエンを還流させながら生成してくる水を除き10時間反応させた。触媒、未反応原料をカラムクロマト用のアルミナ、シリカゲルで除去し、油状物225gを得た。このものは、GC分析、NMR分析、IR分析により、以下の二種類の構造の化合物の混合物であることが確認された。

【0041】

【化11】



【0042】上記製造例1~6で得られた化合物の炭素/酸素原子比を第1表に示す。

【0043】

【表1】

(8)

特開平10-324883

13
第1表

	化合物の炭素/酸素原子比
製造例1	24.5
製造例2	14.7
製造例3	20.5
製造例4	14.0
製造例5	13.0
製造例6	11.0

14

*【0044】実施例1～6

製造例1～6で得られた化合物、又はこれらの化合物と他の基油とから第2表に示す供試油を調製し、その性能を評価した。結果を第3表に示す。

【0045】

【表2】

10

*

第2表

	供試油組成
実施例1	製造例1の油状物 100 wt%
実施例2-1	製造例2の油状物 100 wt%
実施例2-2	製造例2の油状物 70 wt% + 副 α -オレフィン 30wt%
実施例3-1	製造例3の油状物 100 wt%
実施例3-2	製造例3の油状物 90 wt% + エチレン-プロピレン共重合体 10 wt%
実施例4-1	製造例4の油状物 100 wt%
実施例4-2	製造例4の油状物 70 wt% + エチレン-プロピレン共重合体 30 wt%
実施例5	製造例5の油状物 60 wt% + エチレン-プロピレン共重合体 40 wt%
実施例6	製造例6の油状物 50 wt% + エチレン-プロピレン共重合体 50 wt%

【0046】(注)

ポリ α -オレフィン: ETHYL CORPORATION社製、商品名「HITEC170」、100℃の動粘度10mm²/秒

エチレン-プロピレン共重合体: 三井石油化学(株)

製、商品名「ルーカントHC20」、100℃の動粘度※

※20mm²/秒

【0047】比較例1～4

第4表に示す供試油を調製し、その性能を評価した。結果を第4表に示す。

【0048】

【表3】

第3表

実施例	動粘度 ¹⁾ (mm ² /秒)		VI ²⁾	流動点 ³⁾ (℃)	ゴム膨潤 試験 ⁴⁾	アニリン点 ⁵⁾ (℃)
	40℃	100℃				
実施例1	37.2	7.5	174	-35.0	+1	107.4
実施例2-1	26.6	5.6	175	-37.5	-2	68.0
実施例2-2	31.5	6.5	166	-40.0	0	97.1
実施例3-1	35.6	7.3	175	-15.0	-2	77.2
実施例3-2	42.1	8.2	171	-17.5	-1	86.9
実施例4-1	30.4	6.6	180	-15.0	-3	61.9
実施例4-2	51.3	9.4	170	-17.5	0	95.4
実施例5	63.2	10.7	160	-22.5	0	97.0
実施例6	74.7	11.9	155	-55.0	+1	110.9

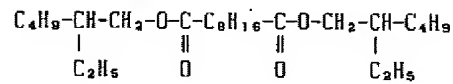
【0049】

★ ★【表4】

第4表

比較例	構造	C/O	動粘度 ¹⁾ (mm ² /秒)		VI ²⁾	流動点 ³⁾ (℃)	ゴム 膨潤 試験 ⁴⁾	アニリ ン点 (℃)
			40℃	100℃				
1	$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9\text{-O-(CH}_2\text{CH-O)}_n\text{-H} \\ \\ \text{CH}_3 \\ (n=16) \end{array}$	3.1	56.1	10.8	187	-50℃ 以下	-15	-20℃ 以下
2	$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9\text{-O-(CH}_2\text{CH-O)}_n\text{-C-CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \quad \quad \text{O} \\ (n=16) \end{array}$	3.0	48.2	9.8	194	-20℃ 以下	-10	-20℃ 以下
3	エステル (下記)	6.5	11.6	3.2	153	-20℃ 以下	-12	-20℃ 以下
4	3のエステル+PAO		23.3	4.9	140	-50℃ 以下	-1	90℃

エステルの構造



【0050】注 1) 動粘度: JIS K2283-1 983に準拠して測定

2) VI (粘度指数): JIS K2283-1983に準拠して測定

3) 流動点: JIS K2269-1987に準拠して測定

4) ゴム膨潤試験: JIS K6301に準拠し、120℃、70時間後のニトリルゴムの硬度の変化(膨潤の程度)を評価

5) アニリン点: JIS K2256-1985に準拠*

*として測定

【0051】

【発明の効果】本発明の潤滑油基油は、粘度指数向上剤を使用せずに、又は少量の添加で高粘度指数油を提供することができる。そして、高温から低温まで広い範囲で良好な潤滑油膜を保持し、高剪断下においてあるいは長期間にわたり安定な粘度特性を示すとともに、スラッジの生成が少なく、しかも有機材を膨潤させにくいなどの優れた性能を有している。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

FI

C10N 30:04

40:25